

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

Application Not Yet Assigned  
Paper Dated: November 18, 2003  
In Reply to USPTO Correspondence of N/A  
Attorney Docket No. 4369-032092

Customer No. 28289

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

Application No. : Not Yet Assigned  
Applicants : **Julio Burkhard Seeger STEIN**  
Filed : Concurrently Herewith  
Title : **ACCELERATED PETRIFICATION PROCESS  
FOR LIGNOCELLULOSE MATERIALS**

**CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119**

**MAIL STOP PATENT APPLICATION**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

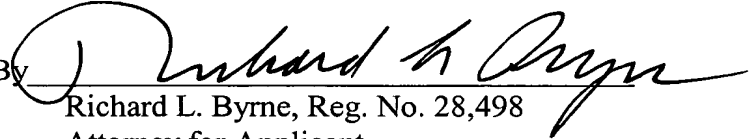
Attached hereto is a certified copy of Chilean Patent Application No. 2746-2002 which corresponds to the above-identified United States application and which was filed in the Chilean Patent Office on November 29, 2002.

The priority benefits provided by Section 119 of the Patent Act of 1952 are claimed for this application.

Respectfully submitted,

WEBB ZIESENHEIM LOGSDON  
ORKIN & HANSON, P.C.

By

  
Richard L. Byrne, Reg. No. 28,498  
Attorney for Applicant  
700 Koppers Building  
436 Seventh Avenue  
Pittsburgh, PA 15219-1818  
Telephone: 412/471-8815  
Facsimile: 412/471-4094

JULIO BULFON DE EGER STEIN

# REPUBLICA DE CHILE



MINISTERIO DE ECONOMIA, FOMENTO Y RECONSTRUCCION  
DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

## CERTIFICADO OFICIAL

El Jefe del Departamento de Propiedad Industrial y el Conservador de Patentes de Invención que suscriben, certifican que las copias (26) adjuntas corresponden a una solicitud de Patente de Invención.

N° 2746 - 2002

Presentada en Chile con fecha:

29 DE NOVIEMBRE DE 2002

Rogelio Campusano Sáez  
Conservador de Patentes de Invención



Eleazar Bravo Manríquez  
Jefe Departamento de Propiedad Industrial

Santiago, 10 de Octubre de 2003.



(19) **REPUBLICA DE CHILE**  
MINISTERIO DE ECONOMIA  
FOMENTO Y RECONSTRUCCION  
SUBSECRETARIA DE ECONOMIA



DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

(11) N° REGISTRO

(12) TIPO DE SOLICITUD:



INVENCIÓN



MODELO DE UTILIDAD



PRECAUCIONAL



MEJORA



REVALIDA

(43) Fecha de Publicación:

(51) Int. Cl. 8:

(21) Número de Solicitud:

(22) Fecha de Solicitud

(30) Número de Prioridad: (país, n° y fecha)

(72) Nombre Inventor(es): (Incluir dirección)

(71) Nombre Solicitante: (Incluir dirección y tel.)

Sr. BURKHARD SEEGER STEIN  
Edmundo Larenas 234  
Concepción,  
CHILE

- 1) UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
- 2) SR. BURKHARD SEEGER STEIN
- 3) ASERRADEROS QUELÉN QUELÉN
- 4) MADERAS IMPREGNADAS PRESERVA LTDA.
- 5) FÁBRICA DE MUEBLES SILVIA UGARTE

(74) Representante: (Incluir dirección y teléfono)

JOHANSSON & LANGLOIS  
Felipe Langlois V. y/o Fernando López J. y/o  
Pamela Espinoza R. y/o Jeanneth Canales M.  
San Pío X 2460, Piso 11 Of. 1101, Providencia

(54) Título de la Invención: (máximo 330 caracteres)

PROCESO DE PETRIFICACIÓN ACELERADO DE MATERIALES LIGNOCELULOSICOS.

(57) Resumen: (máximo 1600 caracteres)

Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, en especial, de madera de baja densidad, utilizados para fines constructivos, habitacionales, industriales, decorativos, agrícolas, entre otros; como: tablas para revestimientos, fabricación de ventanas, puertas, pisos, postes, vigas, polines, muebles, terrazas, puentes, partes de máquinas y otros, tanto de uso interior como exterior, incluso en contacto con tierra y agua, a través de una impregnación con una solución de un hidróxido alcalino y un silicato soluble en agua, alternativamente incluyendo sales solubles de un metaborato, y su insolubilización "in situ", por la acción de grupos orgánicos más ácidos liberados por los componentes del material lignocelulósico, debido a las condiciones propias del proceso, y la presencia de dióxido de carbono en el aire circundante. El material lignocelulósico petrificado es difícilmente inflamable y putrecible y no es atacada por termitas e insectos; cambia levemente su aspecto con el tiempo, aumenta su dureza y mejora sus características de resistencia mecánica y estabilidad dimensional. Las propiedades pueden ajustarse según el uso que quiera darse al material, variando la concentración de los constituyentes y las condiciones de operación del proceso.



## **MEMORIA DESCRIPTIVA**

### **Proceso de petrificación acelerado de materiales lignocelulósicos**

#### **Campo del Invento**

La presente invención se refiere a un proceso de petrificación acelerado de madera, u otros materiales lignocelulósicos, en una etapa, que le confieren alta resistencia frente a hongos, insectos y otros microorganismos, características de difícil inflamabilidad y superiores propiedades físico-mecánicas, sin alterar necesariamente su apariencia natural.

#### **Antecedentes del Invento**

La madera ha sido usada desde tiempos inmemoriales en la construcción de casas, muebles, postes, puentes y otros objetos. Sin embargo, su aplicación masiva se ve enfrentada a problemas, causados por algunas propiedades negativas: La madera es fácil presa de las llamas, es atacada por termitas y otros insectos y en contacto con tierra húmeda se pudre fácilmente. Esto es especialmente válido para maderas de baja densidad y rápido crecimiento como, por ejemplo, la madera de *Pinus radiata* D. Don. Son conocidos algunos métodos de tratamiento de la madera que permiten protegerla contra hongos e insectos y que retardan la pudrición, los que se basan en el uso de creosota, la aplicación de pentaclorofenol o tribromofenol o la impregnación con sales de metales pesados como el CCA, a base de cobre, cromo y arsénico, entre otros. Estos procesos han sido usados ampliamente, pero tienen el inconveniente que hacen uso de compuestos funguicidas con propiedades tóxicas, lo que exige un manejo cuidadoso y ocasiona que tanto los subproductos del proceso de impregnación como la madera tratada, después de cumplir su vida útil, sean considerados residuos peligrosos. Cabe resaltar que ninguna de estas sustancias protege a la madera contra el fuego.

En función de lo anterior, existen numerosas investigaciones e invenciones que se abocan a encontrar y proponer procesos alternativos, que, por una parte, permitan conferir a la madera una alta durabilidad frente a patógenos bajo diversas



condiciones ambientales y, por otra, se basen en agentes impregnantes que no afecten la salud de los seres humanos ni dañen el ambiente. Adicionalmente, se intenta otorgar a la madera una mayor resistencia al fuego, debido a que sus características combustibles limitan su uso en la construcción.

Entre los agentes impregnantes alternativos, a los compuestos inorgánicos les cabe un rol fundamental. En especial sales que contienen silicio, boro, cobre, magnesio, titanio, amonio, aluminio y otros. El depósito de estas sales en el interior de los intersticios de la madera, requiere que la madera, en una primera etapa, se impregne con una solución que contenga el agente activo, para permitir que éste penetre en la madera. Posteriormente, las sales deben precipitar y/o formar un compuesto insoluble, que evite una lixiviación del agente, si la madera se somete a la acción del agua o a un ambiente con alta humedad. Debido a lo anterior, la mayoría de los procesos propuestos son largos, requieren de varias etapas y diversos reactivos y, en definitiva, no han podido ser implementados a nivel industrial.

El presente invento se basa en la insolubilización de sales de silicio, alternativamente junto a sales de boro, en el interior de la madera, en proporciones y diluciones adecuadas y bajo condiciones de operación determinadas, logrando como resultado un material lignocelulósico petrificado, de características muy superiores a las originales.

A continuación se entrega una relación del estado del arte actual con relación al uso de sales de silicio, el agente impregnante en el cual se basa el presente invento. El principal desafío y, a su vez, la diferencia principal entre los diferentes procesos conocidos con anterioridad, radica en diversas alternativas tecnológicas para fijar el silicio en el interior de la madera:

Lilla (US 3.974.318) propone un proceso de impregnación de madera en dos etapas: Primero un baño a vacío / presión con una solución de silicato de sodio, un secado de la madera y, en una segunda etapa, una segunda impregnación con una



solución que contenga sales de metales, que formen silicatos insolubles en agua y, de este modo, permitan precipitar el silicio al interior de la madera.

Un proceso propuesto por Slimak et al. (US 6.040.057 y 6146766) se basa en una impregnación de madera con silicatos solubles y su insolubilización a través de un tratamiento térmico. De manera similar, St.-Michel (US 4.642.268) propone una película protectora externa para productos de recubrimiento de techos, en base a madera y asfalto, la que se obtiene aplicando una película de una solución de sales de silicio y su posterior secado.

Crews IV et al. (US 5.205.874) propone una protección superficial para metales y madera mediante la aplicación de una o más películas de silicatos solubles en agua y su conversión a dióxido de silicio, a través de un tratamiento con ácido fosfórico.

Por otra parte, dos patentes japonesas plantean la impregnación de madera con sales de silicio y un polisacárido natural: Inque y Tsujimura (US 5.549.739) plantean el uso de quitina y sílice coloidal a un valor pH neutro, con la opción de añadir otras sustancias como boro, cobre y titanio, entre otros; Moriya y Motai (JP 10-017.426) describen una impregnación que se basa en la utilización de silicato de sodio, dos compuestos inorgánicos adicionales y un extracto de algas rojas.

Por último, Kaellstroem EP 0.221.868 describe un proceso para producir paredes resistentes al fuego que se basa en la incorporación de silicatos, cemento y agua.

Junto a las sales de silicio, es en muchos casos conveniente agregar sales de boro a la solución impregnante, con el fin de acentuar la resistencia frente al fuego y a patógenos del material lignocelulósico petrificado. Tanto el ácido bórico como el bórax y otros tetraboratos existen en el mercado a bajos precios. El boro no es considerado un elemento tóxico a la salud humana e incluso es un elemento necesario para el crecimiento de las plantas. Sin embargo, su uso presenta dos dificultades principales:



Se requiere incorporar el boro a la madera, ya sea como ácido o como sal soluble en agua, en concentraciones suficientemente altas, como para lograr el efecto preservante deseado; sin embargo, la baja solubilidad del ácido bórico, del borax y de los tetraboratos en agua impide alcanzar las concentraciones deseadas en la madera. Por otra parte, el boro debe fijarse en el interior del material lignocelulósico, para evitar su lixiviación con agua durante su uso, lo que es muy difícil de lograr, debido a la solubilidad parcial de las sales de boro.

En base a lo anterior, existen numerosas patentes que plantean diversos principios y tecnologías para impregnar madera con agentes que contienen boro:

Short y Rayfield (US 4076871) proponen introducir el boro al interior de la madera en forma de ésteres de ácido bórico, los que se hidrolizan posteriormente. De esta manera se sostiene que es factible obtener concentraciones entre 0,5 y 3,5 % de boro en la madera tratada. Nasheri (US 5871817) plantea un proceso similar, usando metanol o etanol junto a ácido bórico. Patel et al. (US 4719110), por otra parte, proponen impregnar con la solución resultante al mezclar tetraborato de sodio y ácido fosfórico en una relación molar de 5 : 3 a la temperatura de ebullición de la mezcla en medio acuoso. Una patente de Murphy et al. (US 5330847) se basa en el uso de ésteres metílicos de boro, los que forman un azeótropo con un alcohol y pueden ser hidrolizados en el interior de la madera.

Otros autores recomiendan soluciones que contienen solventes orgánicos como medios de transporte para los agentes activos en base a boro: Bechgaard (US 4610881) propone el uso de etilenglicol, Palmere et al. (US 5104664) una mezcla de glicoles y Dunstan y Bartlett (US 5601849) polietilenglicol, Paysant (US 5846305) propone la impregnación conjunta de compuestos en base a cobre y boro disueltos en una solución que contenga tanto una amina y como un glicol.

A su vez, existen diversas patentes que plantean alternativas para retener el boro en el interior de la madera:





Thompson (US 5151127) plantea encapsular diversos agentes activos, entre ellos, borax, ácido bórico o óxido bórico en una resina acrílica. Hsu et al. (US 5246652) proponen producir tableros de madera reconstituida a través de un proceso que considera la impregnación de la madera con ácido bórico o un borato soluble en agua y el uso de resinas fenólicas como adhesivo. Slimak y Slimak (US 6146766) proponen una impregnación con silicato de sodio y, opcionalmente, una mezcla de ácido bórico y borato de sodio, para insolubilizar los compuestos por medio de energía radiante, corriente eléctrica, microondas, hornos de convección, calentamiento por zona, etc., a elevada temperatura por cortos periodos de tiempo. Schubert et al. (US 5612094) insolubilizan el ácido bórico con una solución de una sal de zirconio soluble en agua.

#### **Descripción del Invento**

En muchos lugares del mundo es frecuente encontrar madera que ha sido preservada por largo tiempo, debido a un proceso natural denominado petrificación. Este consiste, básicamente, en el contacto de la madera con aguas que contienen pequeñas concentraciones de sílice soluble, la que, bajo condiciones adecuadas, penetra en la madera y se deposita en su interior. En la naturaleza este proceso es muy lento y demora miles de años. El resultado positivo en cuanto a la durabilidad de la madera petrificada frente a microorganismos y a la acción del fuego es evidente.

El presente invento está basado en un proceso acelerado de petrificación de madera, similar al que ocurre en la naturaleza, el que, sin embargo, puede efectuarse en muy corto tiempo. El proceso es susceptible de ser aplicado a cualquier tipo de madera e incluso otros materiales lignocelulósicos, pero ha demostrado ser especialmente útil para madera de pino u otra madera de baja densidad, utilizada para fines estructurales, constructivos, industriales, decorativos, agrícolas, entre otros; como: tablas de construcción, ventanas, puertas, pisos, postes, vigas, polines, muebles, terrazas, puentes, partes d máquinas y otros, tanto de uso interior como exterior, incluso en contacto con tierra y agua.



Se propone, por tanto, un principio alternativo de preservación de la madera, tanto frente a la acción de microorganismos como del fuego, que no presente los problemas operacionales, ambientales y toxicológicos de las alternativas industriales existentes en la actualidad, que se basan en las características funguicidas de compuestos activos tóxicos.

El proceso consiste en una impregnación, en una sola etapa, de la madera con un agente petrificante soluble en agua, compuesto por sales de silicio o, alternativamente, sales de silicio y boro. La precipitación del agente petrificante ocurre "in situ", en el interior del material lignocelulósico, sin requerir la adición de compuestos insolubilizantes.

La impregnación se puede realizar de igual manera a como se realiza en procesos convencionales, incluso utilizando los mismos equipos de vacío - presión. La madera puede estar seca o tener un alto contenido de humedad, pero para aumentar la rapidez de penetración del agente petrificante, se favorece un contenido de agua igual o menor a un 30 %. De igual manera, la aplicación de vacío, como etapa previa a la impregnación, y/o la aplicación de presión durante la impregnación, preferentemente entre 8 y 15 atmósferas durante 10 min a 300 min, permiten una penetración uniforme de la madera, sin que estas condiciones sean elementos indispensables del proceso. De hecho, es posible aplicar el agente impregnante en forma superficial a la madera, a través de una inmersión de la madera en un baño que contenga un agente petrificante o aplicándolo por medio de duchas, brochas, rodillos u otros medios, particularmente si se desea prevenir el crecimiento de hongos en su superficie, por ejemplo, hongos de mancha azul (*Ceroatocystis pilifera*).

La precipitación del agente petrificante desde la solución acuosa en el interior de la madera ocurre, debido a una disminución del valor pH del líquido después de la impregnación, por la acción de los grupos acídicos de la madera producto de las condiciones de operación propias del proceso, y la acción neutralizante del dióxido de



carbono presente en la atmósfera. Existe la alternativa, también, de aplicar una solución de lavado con agua sola o agua que contiene pequeñas cantidades de sales o de ácidos que al acelerar la disminución del valor pH favorece la velocidad de insolubilización. La solución de lavado puede contener un ácido orgánico o inorgánico; convenientes son ácidos minerales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico o ácido bórico. Una mezcla de ácidos o de ácidos y sales puede ser usada igualmente. Durante el lavado no se produce una solubilización de la sílice ni del boro, si se procede de acuerdo a la metodología que considera la presente invención.

El contenido de sílice en la madera puede variar en un amplio rango, según el uso a que ésta se destine, variando la concentración de la sílice en la solución impregnante y las condiciones de operación del proceso de impregnación. El rango de concentración según el uso puede variar entre aproximadamente  $4$  a  $126 \text{ kg/m}^3$  de madera.

Junto a la sílice puede ser conveniente, dependiendo de las características que se le desean otorgar al material lignocelulósico petrificado, incorporar sales de boro, las que se traducirán en mayor estabilidad frente al fuego y a la acción de insectos y hongos, si el proceso se efectúa de acuerdo a las condiciones del presente invento, las que se basan en la alta solubilidad del metaborato de sodio o potasio en una solución acuosa, a un pH alcalino, idealmente entre 11 y 12. De esta manera es posible incorporar una alta concentración de boro al interior de la madera, sin tener que recurrir a procedimientos engorrosos y caros como esterificar el ácido bórico o usar solventes orgánicos durante la impregnación. Adicionalmente, bajo las condiciones mencionadas, es posible impregnar la madera en forma conjunta con sales de silicio, aspecto central de la presente invención, porque la insolubilización de los silicatos, a través de un cambio de valor pH, permite retener las sales de boro en el interior de la madera en una matriz de silicio y cristalizadas debido a su menor solubilidad como tetraboratos o ácido bórico.

El boro puede incorporarse como metaborato de sodio o potasio o prepararse previamente a través de la reacción de ácido bórico, bórax u otro tetraborato alcalino con un hidróxido altamente disociado. La concentración de la sal de metaborato soluble, es de 0,05 a 0,7% de boro en peso, preferentemente entre 0,1 y 0,3% de boro en peso. La cantidad efectiva de preservante a aplicar a la madera dependerá del tipo de preservación deseada, variando la concentración de boro entre 0,2 y 3.20 kg/m<sup>3</sup> de madera, preferentemente de boro entre 0.4 y 1.4 kg/m<sup>3</sup>

La madera tratada de acuerdo al ámbito del presente invento es difícilmente inflamable, difícilmente putrecible y no es atacada por termitas. Además, la madera mantiene su color natural o este cambia en forma muy leve por el proceso de impregnación, a diferencia de la acción de otros impregnantes usados. El color de la madera es mucho menos afectado por la exposición a la luz y la humedad, si se le compara con madera no tratada. La madera tratada aumenta su dureza y mejora sus propiedades mecánicas y de estabilidad dimensional.

### **EJEMPLOS EXPERIMENTALES**

#### **Ejemplo 1**

10 muestras de madera de pino radiata de 50x25x15 mm con un contenido de agua de un 12%, fueron tratadas en una batería de impregnadores a escala de laboratorio. Las condiciones de operación utilizadas en la impregnación fueron las siguientes:

Item	Condiciones de operación
Nº de muestras	10
Concentración licor (K/A) (%)	7/0.05
Vacío inicial (min)	10
Impregnación a 14 (kg/cm <sup>2</sup> ) (min)	30
Vacío intermedio (min)	10
Lavado con agua (min)	15
Vacío final (min)	10



Las termitas se colocaron en recipientes de vidrio que contenían las probetas en arena húmeda, esterilizada y rica en silicatos. Posteriormente, los recipientes fueron puestos en una cámara de cultivo a temperaturas de  $24.5 \pm 1$  °C y una humedad relativa de  $75 \pm 5\%$ . Los ensayos se realizaron de acuerdo a Norma europea EN 117/ACI de 1990 para la determinación del umbral de eficacia contra *Reticulitermes sp.* (termitas subterráneas) en condiciones de laboratorio; los ensayos tuvieron una duración de 8 semanas y se realizaron en triplicado.

Al final del ensayo, se retiraron las probetas de los recipientes y se procedió a una inspección visual, caracterizando el ataque de las termitas por su localización, extensión y profundidad. Se realizó igualmente el censo de termitas, para determinar la tasa de sobrevivencia y/o mortalidad de la población.

La tabla siguiente se uso como base para la evaluación visual de las probetas.

Nivel de ataque	Característica de la madera
0	No hay ataque
1	Tentativa de ataque: Limpieza o rozamientos superficiales, de profundidad que escapa a toda medida o ataque justo a 0.5 mm de profundidad, si está restringido a tres zonas de menos de 3 mm de diámetro cada uno.
2	Ataque ligero: Ataque superficial (<1mm) y limitado en extensión a lo más 1/10 de la superficie de la probeta u orificio único de profundidad inferior a 3 mm.
3	Ataque medio: Ataque superficial (<1mm) de más de 1/10 de la superficie de la probeta, a erosión de 1 mm a 3 mm, sobre una extensión que no sobrepasa 1/10 de la superficie de la probeta u horadaciones puntuales no extendidas en cavernas y de profundidad superior a 3 mm.
4	Ataque fuerte: Erosión sobre la superficie que compromete más de 1/10 de la superficie de la probeta o ataque penetrante superior a 3 mm que se extiende en cavernas en la masa de la probeta y pudiendo ir a un estado de destrucción muy avanzado.



## Resultados

Probetas ensayadas	Nivel de ataque
<u>Madera no tratada</u>	
Muestra 1	Ataque fuerte (nivel 4)
Muestra 2	Ataque fuerte (nivel 4)
Muestra 3	Ataque fuerte (nivel 4)
<u>Madera tratada</u>	
Muestra 1	Ningún ataque (nivel 0)
Muestra 2	Tentativa de ataque (nivel 1)
Muestra 3	Tentativa de ataque (nivel 1)

De acuerdo a la tabla, la madera tratada presenta una alta resistencia frente al ataque de termitas, a diferencia de la madera no tratada, la que manifiesta un ataque fuerte.

### Ejemplo 2

Madera de pino radiata de 50x25x15 mm con un contenido de humedad de un 12%, fue tratada en una batería de impregnadores a escala de laboratorio de acuerdo a las siguientes condiciones de operación:

Item	Condiciones de operación
Nº de muestras	10
Concentración licor (K/A) (%)	5/0.2
Vacío inicial (min)	10
Impregnación a 14 (kg/cm <sup>2</sup> ) (min)	30
Vacío intermedio (min)	10
Lavado con agua (min)	15
Vacío final (min)	10

Tanto la madera tratada como muestras no tratadas se sometieron a la acción de termitas de acuerdo al mismo procedimiento descrito en el ejemplo 1.



## Resultados

Probetas ensayadas	Nivel de ataque
<u>Madera no tratada</u>	
Muestra 1	Ataque fuerte (nivel 4)
Muestra 2	Ataque fuerte (nivel 4)
Muestra 3	Ataque fuerte (nivel 4)
<u>Madera tratada</u>	
Muestra 1	Ningún ataque (nivel 0)
Muestra 2	Ningún ataque (nivel 0)
Muestra 3	Tentativa de ataque (nivel 1)

Se verificada que la madera tratada es resistente a la acción de termitas, no así la madera sin tratamiento, la que muestra un ataque fuerte.

### Ejemplo 3

Madera de pino radiata de 50x25x15 mm con un contenido de humedad de un 12%, fue tratada en una batería de impregnadores a escala de laboratorio de acuerdo a las siguientes condiciones de operación:

Item	Condiciones de operación
Nº de muestras	10
Concentración licor (K/A) (%)	3/0.2
Vacío inicial (min)	10
Impregnación a 14 (kg/cm <sup>2</sup> ) (min)	30
Vacío intermedio (min)	10
Lavado con agua (min)	15
Vacío final (min)	10

Tanto la madera tratada como muestras no tratadas se sometieron a la acción de termitas de acuerdo al mismo procedimiento descrito en el ejemplo 1.

## Resultados

Probetas ensayadas	Nivel de ataque
<b><u>Madera no tratada</u></b>	
Muestra 1	Ataque fuerte (nivel 4)
Muestra 2	Ataque fuerte (nivel 4)
Muestra 3	Ataque fuerte (nivel 4)
<b><u>Madera tratada</u></b>	
Muestra 1	Ningún ataque (nivel 0)
Muestra 2	Tentativa de ataque (nivel 1)
Muestra 3	Tentativa de ataque (nivel 1)

Nuevamente se establece que la madera tratada es resistente a la acción de las termitas, la madera no tratada, en cambio, es atacada fuertemente.

### Ejemplo 4

3 muestras de madera de pino radiata de 15 cm x 15 cm x 10 mm de espesor, con un contenido de agua de un 12%, fueron tratadas en una batería de impregnadores a escala de laboratorio. Las condiciones de operación utilizadas para impregnar fueron las siguientes:

Licores		Madera	
K (%)	A (%)	K (%)	A (%)
9,0	0,22	7,0	0,3

Las probetas se evaluaron con respecto a su resistencia al fuego de acuerdo a la norma ISO 5660-1 "Fire test - reaction to fire - rate of heat release from building products", conocida como metodología del cono calorimétrico.



## Resultados

Parámetros medidos	Resultados promedio de tres muestras	
	Madera no tratada	Madera tratada
Espesor (mm)	12,3	11,0
Tiempo de ignición (s)	13,0	18,3
Tasa de liberación de calor (KW/m <sup>2</sup> )	88,1	40,76
Calor efectivo de combustión (MJ/kg)	13,8	16,43
Razón de pérdida de masa (g/s)	0,05	0,02
Liberación de humos (m <sup>2</sup> /kg)	88,8	45,89
Prod.de monóxido de carbono (kgCO/kg)	0,027	0,05
Prod.de dióxido de carbono (kgCO <sub>2</sub> /kg)	1,83	2,68

De acuerdo a la tabla, la madera tratada es superior en todas las características evaluadas con respecto a la madera no tratada.

### Ejemplo 5

3 muestras de madera de pino radiata de 15 cm x15 cm x 10 mm espesor, con un contenido de agua de un 12%, fueron tratadas en una batería de impregnadores a escala de laboratorio. Las condiciones de operación utilizadas para impregnar fueron las siguientes:

Licores		Madera	
K (%)	A (%)	K (%)	A (%)
12.0	0,1	9.0	0.1

Las muestras con y sin tratamiento fueron sometidas a ensayos de resistencia al fuego similares a los señalados en el ejemplo 4.



### Resultados

Parámetros medidos	Resultados promedio de tres muestras	
	Madera no tratada	Madera tratada
Espesor (mm)	12,3	13,5
Tiempo de ignición (s)	13,0	22,0
Tasa de liberación de calor (KW/m <sup>2</sup> )	88,1	50,46
Calor efectivo de combustión (MJ/kg)	13,8	10,2
Razón de pérdida de masa (g/s)	0,05	0,043
Liberación de humos (m <sup>2</sup> /kg)	88,8	50,3
Prod.de monóxido de carbono (kgCO/kg)	0,027	0,031
Prod.de dióxido de carbono (kgCO <sub>2</sub> /kg)	1,83	1,56

Se observa que el tratamiento es efectivo, para mejorar la resistencia de la madera frente a la acción del fuego.

### Ejemplo 6

3 muestras de madera de pino radiata de 15 cm x15 cm x 10 mm espesor secas a un 12%, fueron tratadas en una batería de impregnadores a escala de laboratorio. Las condiciones de operación utilizadas para impregnar fueron las siguientes:

Licores		Madera	
K (%)	A (%)	K (%)	A (%)
11.0	0,6	10.0	0.6

Las muestras con y sin tratamiento fueron sometidas a ensayos de resistencia al fuego similares a los señalados en el ejemplo 4.



## Resultados

Parámetros medidos	Resultados promedio de tres muestras	
	Madera no tratada	Madera tratada
Espesor (mm):	12,3	11,0
Tiempo de ignición (s)	13,0	28,0
Tasa de liberación de calor (KW/m <sup>2</sup> )	88,1	58,40
Calor efectivo de combustión (MJ/kg)	13,8	12,70
Razón de pérdida de masa (g/s)	0,05	0,04
Liberación de humos (m <sup>2</sup> /kg)	88,8	37,10
Prod.de monóxido de carbono (kgCO/kg)	0,027	0,02
Prod.de dióxido de carbono (kgCO <sub>2</sub> /kg)	1,83	1,62

Bajo las condiciones descritas, un proceso de petrificación resulta muy efectivo, para otorgar a la madera resistencia frente al fuego.

### Ejemplo 7

3 muestras de madera de pino radiata de 15 cm x15 cm x 10 mm espesor secas a un 12%, fueron tratadas en una batería de impregnadores a escala de laboratorio. Las condiciones de operación utilizadas para impregnar fueron las siguientes:

Licores		Madera	
K (%)	A (%)	K (%)	A (%)
5,0	0,2	5.9	0.25

Las muestras con y sin tratamiento fueron sometidas a ensayos de resistencia al fuego similares a los señalados en el ejemplo 4.

## Resultados

Parámetros medidos	Resultados promedio de tres muestras	
	Madera no tratada	Madera tratada
Espesor (mm)	12,3	11,5
Tiempo de ignición (s)	13,0	22,0
Tasa de liberación de calor (KW/m <sup>2</sup> )	88,1	60,8
Calor efectivo de combustión (MJ/kg)	13,8	10,3
Razón de pérdida de masa (g/s)	0,05	0,051
Liberación de humos (m <sup>2</sup> /kg)	88,8	54,0
Prod.de monóxido de carbono (kgCO/kg)	0,027	0,024
Prod.de dióxido de carbono (kgCO <sub>2</sub> /kg)	1,83	1,54

La madera tratada exhibe mejores propiedades de resistencia al fuego que la madera sin tratamiento.

### Ejemplo 8

3 muestras de madera de pino radiata de 15 cm x15 cm x 10 mm espesor, con un contenido de agua de un 12%, fueron tratadas en una batería de impregnadores a escala de laboratorio.

Las condiciones de operación utilizadas para impregnar fueron las siguientes:

Licores		Madera	
K (%)	A (%)	K (%)	A (%)
3,0	0,2	3.2	0.22

Las muestras con y sin tratamiento fueron sometidas a ensayos de resistencia al fuego similares a los señalados en el ejemplo 4.

## Resultados

Parámetros medidos	Resultados promedio de tres muestras	
	Testigo	Madera tratada
Espesor (mm)	12,3	11,0
Tiempo de ignición (s)	13,0	22,0
Tasa de liberación de calor (KW/m <sup>2</sup> )	88,1	83
Calor efectivo de combustión (MJ/kg)	13,8	14
Razón de pérdida de masa (g/s)	0,05	0,05
Liberación de humos (m <sup>2</sup> /kg)	88,8	41,0
Prod.de monóxido de carbono (kgCO/kg)	0,027	0,025
Prod.de dióxido de carbono (kgCO <sub>2</sub> /kg)	1,83	1,5

Nuevamente se observa un mejoramiento de la resistencia al fuego de la madera tratada por el proceso de petrificación frente a la madera sin tratamiento.



### LITERATURA

Lilla, Allen G.: Product and method for forming in situ insoluble metal silicates in wood pores for fire retardation and preservation.

Patente Estados Unidos 3.974.318 (10/08/1976).

Short, Buddy M.; Rayfield, Jerry W.: Method of impregnating wood with boric acid.

Patente Estados Unidos 4.076.871 (28/02/1978)

Bechgaard, Carl C.: Protective composition with penetrating carrier.

Patente Estados Unidos 4.610.881 (09/09/1986)

St.-Michel, Andre: Wood substrate having good flame resistance.

Patente Estados Unidos 4.642.268 (10/02/1987).

Patel, Keshav P.; Laughling, William C.; Baldwin, Roger A.: Boron-containing wood preservatives.

Patente Estados Unidos. US 4.719.110 (12/01/1988)

Kaellstroem, Krister: Fire resistant wall construction.

Patente Europea 0.221.868 (09/02/1988).

Palmere, Vincent R.; Dietrich, Allan H.; Galyon, Stanley D.: Methods and compositions for retarding and eradicating infestation in trees and tree derived products.

Patente Estados Unidos 5.104.664 (14/04/1992)

Thompson, Duncan C., Weather resistant, fire retardant preservative and protective compositions for the treatment of wood and cellulose products.

Patente Estados Unidos 5.151.127 (29/09/1992)

Crews IV, Nathan C.; Young, Lannce A.; Young, Daniel A.: Process of protecting metallic and wood surfaces using silicate compounds.

Patente Estados Unidos 5.205.874 (27/04/1993).

Hsu, Wu-Hsiung E.; Pfaff, Jr. Frank: Method of making wood composites treated with soluble boron compounds.

Patente Estados Unidos 5.246.652 (21/09/1993)



Murphy , Richard J.; Dickinson, David J.; Turner, Philip. Treatment of wood and wood-based materials.

Patente Estados Unidos 5.330.847 (19/07/1994)

Inque, Tadashi; Tsujimura, Testuzo: Wood modifier composition.

Patente Estados Unidos 5.549.739 (27/08/1996).

Dunstan, Richard C; Bartlett, John F: Preventative treatment of wood.

Patente Estados Unidos 5,601,849 (11/02/1997)

Schubert, David M.; Manning, Mark J.: Compositions and methods for preserving wood products.

Patente Estados Unidos: 5.612.094 (18/03/1997)

Paysant: liquid wood preservative solution

Patente Estados Unidos 5.846.305 (08/12/1998)

Moriya, Tadao; Motai, Takeji: Antoseptic, insect-proofing and termit-proofing agent.

Patente Japón 10-017.426 (20/01/1998).

Nasheri, Kourosh: Liquid boron preservative process.

Patente Estados Unidos 5.871.817 (16/02/1999)

Slimak; Robert A.; Haudenschild; Christian C.; Slimak; Karen M.: Enhancing the strength, moisture resistance, and fire-resistance of wood, timber, lumber, similar plant-derived construction and building materials, and other cellulosic materials.

Patente Estados Unidos 6.040.057 (21/03/2000).

Slimak, Karen Marie; Slimak, Robert Andrew: Enhancing the strength, moisture resistance, and fire-resistance of wood, timber, lumber, similar plant-derived construction and building materials, and other cellulosic materials.

Patente Estados Unidos 6.146.766 (14/11/2000).



## **REIVINDICACIONES**

1. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, CARACTERIZADO por realizarse en una única etapa de proceso, la que consiste en una impregnación con una solución acuosa de un hidróxido alcalino y un silicato soluble, bajo condiciones de valor pH que permiten su posterior neutralización parcial y la consiguiente insolubilización de las sales "in situ" en el interior del material lignocelulósico, por la acción de grupos ácidos presentes en el material lignocelulósico y la acción ácida del dióxido de carbono presente en el aire circundante.
2. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque la impregnación con sílice ocurre en un rango de pH entre 9 y 13, de preferencia entre pH 11 y 12.
3. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 y 2, CARACTERIZADO porque la impregnación se realiza con madera, cuyo contenido de humedad fluctúa entre 1 y 50 %, preferentemente entre 10 y 30 %.
4. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 3, CARACTERIZADO porque el silicato soluble utilizado es silicato de sodio, en una solución de concentración en sílice de 1 a 28 % en peso, preferentemente entre 4 y 16 % en peso.





5. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 4, CARACTERIZADO porque el silicato soluble utilizado es silicato de potasio, en una solución de concentración en sílice de 1 a 28 % en peso, preferentemente entre 4 y 16 % en peso.
6. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 5, CARACTERIZADO porque la impregnación se realiza bajo condiciones de vacío y presión en uno o más ciclos sucesivos de vacío y presión.
7. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 6, CARACTERIZADO porque la impregnación se realiza a una presión de 1 a 20 atmósferas, preferentemente 8 a 15 atmósferas, durante un periodo de 10 a 300 minutos, preferentemente de 15 a 60 minutos.
8. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 5, CARACTERIZADO porque la etapa de impregnación se realiza por inmersión a presión atmosférica.
9. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 5, CARACTERIZADO porque la etapa de impregnación se realiza con duchas u otros métodos de aspersión.



10. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 9, CARACTERIZADO porque a la solución de un hidróxido alcalino y un silicato, usada para la impregnación, se le adiciona sales de un metaborato soluble.
11. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según la reivindicaciones 1 a 10, CARACTERIZADO porque el metaborato se produce previamente, a través de la reacción de ácido bórico con un hidróxido altamente disociado y se agrega posteriormente a la solución de silicato.
12. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 10, CARACTERIZADO porque el metaborato se produce a través de la reacción de tetraborato soluble de sodio o potasio con un hidróxido altamente disociado y se agrega posteriormente a la solución de silicato.
13. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 12, CARACTERIZADO porque la concentración de la solución impregnante tiene un contenido de metaborato soluble, de 0,02 a 0,7% de boro en peso, preferentemente entre 0,1 y 0,3% de boro en peso.
14. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 13, CARACTERIZADO porque las concentraciones finales de boro en el material.



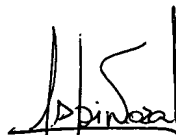
lignocelulósico son de 0.08 a 3.20 kg/m<sup>3</sup>, preferentemente de 0.40 a 1.40 kg/m<sup>3</sup> de madera y de sílice de 4 a 126 kg/m<sup>3</sup>, preferentemente de 18 a 75 kg/m<sup>3</sup> de madera.

15. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 14, CARACTERIZADO porque la insolubilización de la sílice y del boro puede ser facilitada en el interior del material lignocelulósico, debido a una etapa posterior de lavado con agua, con agua acidulada con ácidos inorgánicos, orgánicos y/o sales o una mezcla de ellos.
16. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 15, CARACTERIZADO porque el lavado se realiza con una solución que contiene pequeñas cantidades de ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido bórico, ácido fosfórico, ácido acético, ácido fórmico o una mezcla de ellos.
17. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 16, CARACTERIZADO porque el lavado se realiza con una solución de una sal alcalinotérrea soluble (calcio, estroncio o bario, al estado de cloruros o nitratos)
18. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 17, CARACTERIZADO porque el lavado con agua o con un líquido de características más ácidas que la del líquido impregnante ocurre bajo condiciones de vacío y presión.



19. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según las reivindicaciones 1 a 17, CARACTERIZADO porque el lavado con agua o con un líquido de características más ácidas que la del líquido impregnante ocurre por medio de baños, u otros métodos de inmersión, o duchas u otros métodos de aspersión.

20. Proceso de petrificación acelerada de materiales lignocelulósicos, para aumentar sus características de resistencia al fuego y a patógenos y mejorar sus propiedades físico-mecánicas, según la reivindicación 1 CARACTERIZADO porque los patógenos son termitas y hongos.



- pp. 1) UNIVERSIDAD DE CONCEPCION  
2) BURKHARD SEEGER STEIN  
3) ASERRADEROS QUELEN QUELEN  
4) MADERAS IMPREGNADAS PRESERVA LIMITADA  
5) FABRICA DE MUEBLES SILVIA UGARTE

P-6228-Q

Santiago Chile Noviembre de 2002.

